



T.C.  
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI  
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



# YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Süt Tozunda Aflatoksin M1 Saptanması**  
**UGRL YT Raporu-TOK014**  
**Kasım-Aralık 2021**

**GENEL BİLGİLER**


**YT Çevrim Kodu ve Adı:** Süt Tozunda Aflatoksin M1 Saptanması

**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 30/11/2021

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 17/12/2021

**Rapor Yayın Tarihi:** 05/01/2022


**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
Dr. Sümeyye  
KABAKCI

Mikotoksin Bölümü

  
Dr. Gülin  
ÇETİNKAYA

Mikotoksin Bölümü

  
Dr. M. Alp  
ÇETİNKAYA

Mikotoksin Bölümü

**Çevrim Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Bölüm Sorumlusu

**YT Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Bölüm Sorumlusu

**Tel.:** 0312 327 41 81 / 1149(dahili)

**e-posta:** alp.cetinkaya@tarimorman.gov.tr

**Raporu Onaylayan:**

  
Dr. Berrin ŞENÖZ  
MÜDÜR

**YT Düzenleyici:**

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,

Yenimahalle – ANKARA

**Tel.:** 0312 327 41 81

**Faks:** 0312 327 41 56

**e-posta:** ugrl@tarimorman.gov.tr

**Web:** http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans

**İÇİNDEKİLER**

<b>ÖZET</b> .....	<b>4</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>5</b>
<b>2. GİZLİLİK</b> .....	<b>5</b>
<b>3. TEST MATERYALİ</b> .....	<b>6</b>
3.1. HAZIRLAMA.....	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	6
3.3. DAĞITIM.....	7
<b>4. SONUÇLAR</b> .....	<b>7</b>
<b>5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ</b> .....	<b>8</b>
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	8
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....	8
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	8
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR.....	10
5.4.1. z-skorları .....	10
5.4.2. zeta-skorları .....	12
5.4.3. Uygunluk Değerlendirmesi.....	14
<b>6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ</b> .....	<b>20</b>
<b>7. GÖZLEMLER</b> .....	<b>22</b>
<b>8. REFERANSLAR</b> .....	<b>22</b>

**TABLULAR**

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu.....	6
Tablo 3. Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu .....	7
Tablo 4. AFL M1 için özet istatistik değerlendirmesi.....	10
Tablo 5. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi .....	10
Tablo 6. AFL M1 Katılımcı sonuçları ve z-skorları .....	11
Tablo 7. Aflatoksin M1 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri .....	12
Tablo 8. Katılımcıların uygunluk değerlendirmesi ve açıklamaları .....	16
Tablo 9. Katılımcı Analiz Bilgileri.....	20

**ŞEKİLLER**

Şekil 1. Aflatoksin M1 z-skorları histogramı .....	12
Şekil 2. Maksimum limit ve ölçüm belirsizliğinin etkisi.....	15

**ÖZET**

Laboratuvar Müdürlüğümüz (UGRL) tarafından ülkemiz genelinde sekizi (8) kamu ve otuz dördü (34) özel laboratuvar olmak üzere toplam kırk iki (42) laboratuvarın katılımı ile “Süt Tozunda Aflatoksin M1 Saptanması” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

TOK014 kodlu yeterlilik testi materyali süt tozunda Aflatoksin M1 (AFL M1) içeriğinin analiz edilmesi amacıyla katılımcılara 30/11/2021 tarihinde gönderilmiştir.

Tüm katılımcılardan tespit ettikleri AFL M1 miktarlarının geri kazanım yüzdelere göre düzeltilmiş sonuçları, geri kazanım yüzdeleri, ölçüm limitleri (LoQ) ve ölçüm belirsizlikleri istenmiştir. Ayrıca gönderilen numuneye ait uygunluk değerlendirmesinin yapılması ve değerlendirmenin açıklanması istenmiştir.

Gönderilen sonuçlar uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı z-skorları belirlenerek ortaya konmuştur. Katılımcıların sonuçlarına uygun olarak hesaplanmış oldukları ölçüm belirsizliklerinden zeta-skoru performansları da belirlenmiştir (Tablo 1).

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış Değer ( $x_{pt}$ ) µg/kg	Toplam z-skor sayısı	$ z  \leq 2$ skor sayısı	% $ z  \leq 2$	Toplam zeta-skor sayısı	$ \zeta  \leq 2$ skor sayısı	% $ \zeta  \leq 2$
AFL M1	0,379	41	40	98	41	39	95

Katılımcılardan ölçüm belirsizliğini de dikkate alarak bildirmiş oldukları sonucun TGK Bulaşanlar Yönetmeliğine göre uygunluğunu değerlendirmeleri de istenmiştir. Ancak katılımcıların çoğunluğunun belirtilen mevzuata uygun değerlendirme yapamadıkları tespit edilmiştir. Bu durum katılımcı laboratuvara süt tozu numunesi gönderildiğinde analizin düzgün yapılabileceği ancak uygunluk değerlendirmesinin mevzuata uygun yapılamayacağı ve hatalı şekilde UYGUN/UYGUN DEĞİL raporlanabileceğine işaret etmektedir. Bu nedenle yeterlilik testi sonuç raporun 5.4.3. maddesinde uygunluk değerlendirmesinin nasıl yapılacağı hususunda açıklamalara yer verilmiştir.

## 1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden ortaya konmuş ölçütlere göre katılımcının performansının değerlendirilmesi olarak tanımlanmaktadır. Yeterlilik testleri, katılımcı laboratuvarların yetkinliğinin bağımsız bir şekilde değerlendirilmesini amaçlamaktadır. Geçerliliği sağlanmış metotlarla ve iç kalite kontrol unsurları ile birlikte kullanıldıklarında yeterlilik testleri laboratuvar kalite güvencesinin vazgeçilmez bir unsurudur.

Yeterlilik testi sonuçları, bir dış kalite kontrol aracı olarak laboratuvarların deney sonuçlarının kalitesinin güvencesinin teminine olanak sağlarken; rutin analizlerin tarafsız olarak değerlendirilmesini ve çalışmaların teknik gelişimini teşvik eder, geri bildirimlerin elde edilmesine imkan tanır.

UGRL “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğünün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarına Dair Yönetmelik” Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra e bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarlarının Kuruluş, Görev, Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarının Belirlenmesine Dair Yönetmelik” ‘in kontroller başlıklı 19’ uncu maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin hiçbir aşamasında taşeron kullanılmamaktadır.

## 2. GİZLİLİK

Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamaktadır.

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü tarafından yeterlilik test çevrimine katılımı zorunlu tutulan katılımcılara ait sonuçlar Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü’ne gizli olarak bildirilmektedir.

### 3. TEST MATERYALİ

#### 3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin (YTM) hazırlanması amacıyla temin edilen süt tozu yığın materyali toz homojenizatörde homojen hale getirildikten sonra AFL M1 içeriği tespit edildi. Daha sonra yeterlilik test materyali kilitli alüminyum poşetlere her biri yaklaşık 30-35 gram olacak şekilde aktarılarak etiketlendi ve kaplar sıra ile numaralandırıldı. Numuneler gönderilecekleri güne kadar buzdolabında (~+4°C'de) saklandı.

#### 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Homojenliğin doğrulanması için, bilgisayar ortamında rastgele sayılar oluşturularak tüm yeterlilik test materyalleri içinden 10 adet rastgele seçim sağlandı ve buzdolabında saklanan yeterlilik test materyallerinden belirlenen 10 tanesi oda sıcaklığına getirilerek tekrarlanabilirlik koşulları altında bağımsız şekilde çift tekrarlı analiz yapıldı. Homojenlik, ISO 13528'e göre değerlendirildi [1,2]. Test materyalinin yeterli homojenliğe sahip olduğu gösterildi. Homojenliğe ait özet bilgi Tablo 2'de verilmektedir.

**Tablo 2.** Homojenlik değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu

	AFL M1 (µg/kg)
Ortalama	0,326
$\sigma_{pt}$	0,083
0,3 $\sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,025
$s_x$ (örnek ort. std.sapma)	0,008
$s_w$ (örnekler-içi std.sapma)	0,007
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,006
$s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$	<b>GEÇER</b>

Kararlılık çalışmasında kargo gönderiminden önce ölçümü yapılan homojenlik sonuçları referans kontrol değeri (t1) olarak kullanıldı. Kararlılık kontrolünde kargo ve mevsim koşullarını temsil etmesi açısından oda sıcaklığında (~21°C) 4 gün bekletilmek üzere 6 adet YTM buzdolabından çıkartıldı. 3 adedi (t2) belirtilen sürenin sonunda tekrarlanabilirlik koşulları altında çift tekrarlı olacak şekilde çalışıldı. Kalan 3 adet YTM tekrar buzdolabına kaldırıldı (t4) ve sonuç son bildirim tarihinden hemen önce buzdolabı koşullarında bekleyen 3 farklı YTM daha seçilerek (t3) bir arada tekrarlanabilirlik koşulları altında çalışıldı. Kargo koşullarının temsili için analiz edilen YTM sonuçları (y2), buzdolabında bekletilen YTM'lerden seçilen numunelerin sonuçları (y3) ve önce kargo koşullarında bekletilip tekrar buzdolabında bekletilen YTM sonuçları (y4), referans değeri olan

homojenlik testi sonuçları (y1) ile ISO 13528’de belirtilen istatistiksel yöntemler kullanılarak karşılaştırıldı. Karşılaştırma sonuçlarına göre YTM’lerin yeterli kararlılığa sahip olduğu gösterilmiştir. Kararlılığa ait özet bilgi Tablo 3’te verilmektedir.

**Tablo 3.** Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu

ANALİT	Aflatoksin M1			
	t1	t2	t3	t4
Sıcaklık (~ °C)	-	+21	+4	+21/+4
Süre (gün)	-	4	38	4+34
n	20	6	6	6
Ortalama	0,326	0,333	0,336	0,328
Std.Sapma	0,007	0,006	0,014	0,017
y1 - yX	-	0,007	0,009	0,002
0,3 $\sigma_{pt}$	0,025			
y1 - yX   $\leq$ 0,3 $\sigma_{pt}$ ?		<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>

### 3.3. DAĞITIM

Buzdolabında (+4°C’de) bulunan süz tozu YT materyalleri 30/11/2021 tarihinde havalı zarflara konularak 42 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

## 4. SONUÇLAR

TOK014 süt tozu yeterlilik test materyalinde;

- AFL M1 düzeyini tespit etmeleri,
- Geri kazanıma göre düzeltilmiş sonuç ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),
- Geri kazanım yüzdesi (%),
- LoQ değerleri ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),
- Genişletilmiş ölçüm belirsizliği ( $\pm \mu\text{g}/\text{kg}$ ) ( $k=2$ ) değerleri katılımcılardan istenmiştir.

Bu sonuçları “**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**”na kaydetmeleri istenmiştir.

Başvuruda bulunan kırk iki (42) katılımcının kırk birinden (41) AFL M1 sonucu tarafımıza iletilmiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve belirsizliği katılımcı sonuçlarından hesaplanmıştır. İletilen sonuçlardan atanmış değer belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirilmiştir. Kaba hata tespiti, geri kazanımı bildirilmeyen sonuçların tespiti, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk genişletilmiş test) değerlendirmesi yanında görsel inceleme (QQ-plot, Kernel Density Plot) yapılmıştır. Bu değerlendirmelerin sonrasında uygun olan tüm sonuçlardan sağlam ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Sağlam ortalama ve sağlam standart sapma aykırı değer oranının düşük olması sebebiyle Huber H15 (c: 1,5 ve yakınsama ölçütü: 1e-4) yöntemiyle belirlenmiştir [3, 4]. Sağlam ortalama atanmış değer ( $x_{pt}$ ) olarak alınmış ve belirsizliği  $u(x_{pt})$  sağlam standart sapma ile hesaplanmıştır [2]. Atanmış değer belirsizliği aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

$$u(x_{pt}) = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

$s^*$ : Sağlam (robust) standart sapma  
 $p$ : Katılımcılardan gelen geçerli sonuç sayısı

### 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi ile hesaplanmıştır. Konsantrasyonu 120 ppb'den düşük analitler için kullanılan aşağıdaki eşitlik ile  $\sigma_{pt}$  hesaplanmıştır [5].

$$\sigma_{pt} = 0,22 \times c$$

$c$ : analit konsantrasyonu (atanmış değer)

### 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

#### 5.3.1. z-skoru

Her bir katılımcının performansı ISO 13528'e göre z-skoru cinsinden ifade edilmektedir [2].

$$z = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

$x_i$ : katılımcı tarafından raporlanan ölçüm sonucu

$x_{pt}$ : atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : yeterlilik standart sapması



Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını yeterlilik standart sapması yardımıyla kıyaslayan z-skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [6]:

$$|z| \leq 2 \quad \text{Uygun sonuç}$$

$$2 < |z| \quad \text{Uygun olmayan sonuç}$$

### 5.3.2. zeta-skoru

Her bir katılımcının performansı ISO 13528'e göre zeta-skoru cinsinden ifade edilmektedir [2].

$$\zeta = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{pt})}}$$

$x_i$  : katılımcı tarafından raporlanan ölçüm sonucu

$x_{pt}$  : atanmış değer

$u(x_i)$  : katılımcı sonucunun standart belirsizliği

$u(x_{pt})$  : atanmış değer  $x_{pt}$ 'nin standart belirsizliği

Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını bildirdikleri ölçüm belirsizliği yardımıyla değerlendiren zeta-skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [6]:

$$|\zeta| \leq 2 \quad \text{Uygun sonuç}$$

$$2 < |\zeta| \quad \text{Uygun olmayan sonuç}$$

Katılımcı sonuçlarının belirsizliklerinin değerlendirilmesinde, maksimum belirsizlik ( $u_{\text{mak}}$ ) ve minimum belirsizlik ( $u_{\text{min}}$ ) değerleri kullanılmıştır. ISO 13528'e göre, bir üst sınır olan  $u_{\text{mak}}$ 'un, katılımcıların sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapmasının 1,5 katından fazla olmaması gerekmektedir.  $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$  koşulu sağlandığında ise, katılımcı sonucunun bundan daha küçük bir belirsizliğe sahip olmaması beklenmektedir. Bu nedenle,  $u(x_{pt})$ ,  $u_{\text{min}}$  adı verilen bir alt sınır olarak kullanılabilir.  $u_{\text{min}}$  ve  $u_{\text{mak}}$ , anormal belirsizlikleri tanımlamak için kullanılan sınırlar olup; katılımcılar için bilgilendirme amaçlı yapılmıştır [2].

$u_{\text{min}}$  :  $u(x_{pt})$

$u_{\text{mak}}$  :  $1,5 \times s^*$

$u(x_i)$  : katılımcı sonucunun standart belirsizliği

$u(x_{pt})$  : atanmış değer  $x_{pt}$ 'nin standart belirsizliği

$s^*$  : katılımcı sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapma

#### 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

TOK014 Süt Tozunda Aflatoksin M1 saptanması yeterlilik testi için bildirilen AFL M1 sonuçlarından performans değerlendirilmesi yapılmış ve z-skorları hesaplanmıştır. Ölçüm belirsizliği performans değerlendirilmesi de yapılmış olup; zeta-skorları hesaplanmıştır. Hesaplanan zeta-skorları, katılımcılara bilgilendirme amaçlı verilmiştir.

##### 5.4.1. z-skorları

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 4’te,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 5’te verilmektedir. Katılımcıların ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 6 ve Tablo 7’de özetlenmektedir ve Şekil 1, Şekil 2, Şekil 3, Şekil 4, Şekil 5 ve Şekil 6’da histogram ile gösterilmektedir.

**Tablo 4.** AFL M1 için özet istatistik değerlendirmesi

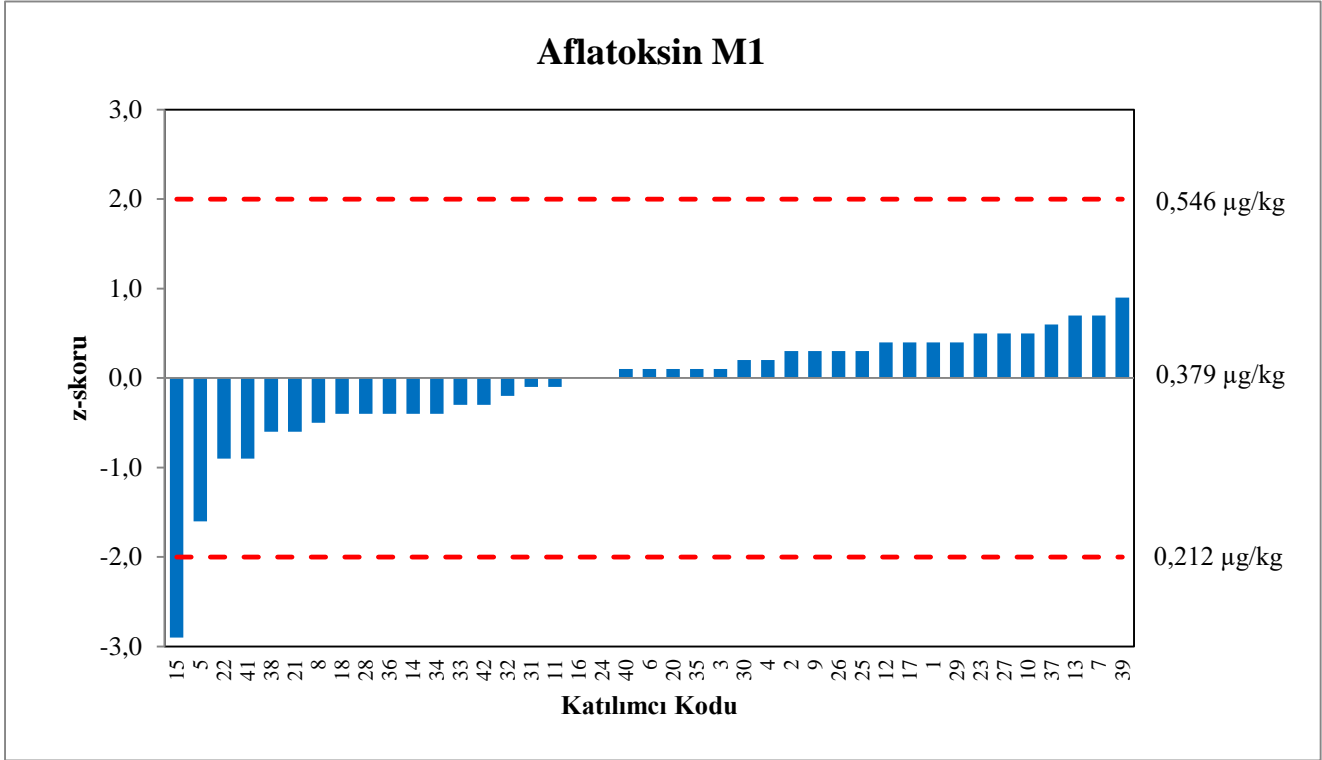
AFL M1	
Gönderilen Sonuç Sayısı	41
Geçerli Sonuç Sayısı ( $x_{pt}$ hesaplanan)	41
Sonuç aralığı ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0,140 – 0,457
Sonuçların ortalaması ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0,373
Sonuçların ortancası ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0,384
Atanmış değer ( $x_{pt}$ ) ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	<b>0,379</b>
Belirsizlik ( $u(x_{pt})$ )	0,008
Sağlam standart sapma ( $s^*$ ) ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0,043
YT std.sapma ( $\sigma_{pt}$ ) ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	0,083
Sağlam RSD (%)	11

**Tablo 5.**  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi

Analit	Toplam z-skor sayısı	$ z  \leq 2$ skor sayısı	% $ z  \leq 2$
AFL M1	41	40	98

**Tablo 6.** AFL M1 Katılımcı sonuçları ve z-skorları

KOD	Aflatoksin M1		
	Atanmış Değer		0,379 µg/kg
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
1	0,415	101	0,4
2	0,400	90	0,3
3	0,388	90	0,1
4	0,398	91	0,2
5	0,249	70	-1,6
6	0,384	101	0,1
7	0,438	95	0,7
8	0,340	102	-0,5
9	0,400	89	0,3
10	0,424	90	0,5
11	0,373	91	-0,1
12	0,410	91	0,4
13	0,4379	98	0,7
14	0,346	98	-0,4
15	0,14	95	<b>-2,9</b>
16	0,380	99	0,0
17	0,410	89	0,4
18	0,342	102	-0,4
19	<b>SONUÇ BİLDİRMEDİ</b>		
20	0,385	89	0,1
21	0,326	90	-0,6
22	0,303	81	-0,9
23	0,420	90,61	0,5
24	0,380	97	0,0
25	0,403	101	0,3
26	0,400	98	0,3
27	0,420	71	0,5
28	0,342	82	-0,4
29	0,415	91,54	0,4
30	0,392	82	0,2
31	0,370	84	-0,1
32	0,364	105	-0,2
33	0,355	90	-0,3
34	0,349	89	-0,4
35	0,385	70	0,1
36	0,343	79,8	-0,4
37	0,427	90	0,6
38	0,325	88	-0,6
39	0,457	109	0,9
40	0,383	88	0,1
41	0,303	80	-0,9
42	0,357	95	-0,3



Şekil 1. Aflatoksin M1 z-skorları histogramı

#### 5.4.2. zeta-skorları

TOK014 Süt Tozunda Aflatoksin M1 Saptanması yeterlilik testinde, katılımcılardan geri kazanım yüzdesine göre düzeltilmiş sonuçları için ölçüm belirsizliği istenmiş ve ölçüm belirsizliği performans değerlendirmesi yapılarak zeta-skorları hesaplanmıştır. AFL M1'e ait ölçüm belirsizliği sonuçları, hesaplanan z-skorları ve zeta-skorları, hesaplanan belirsizlik oranları, standart ölçüm belirsizlikleri,  $u_{\min}$  ve  $u_{\max}$  değerleri ile birlikte uygun olmayan sonuçların değerlendirilmesi Tablo 7'de verilmektedir.

**Tablo 7.** Aflatoksin M1 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN M1 (Atanmış değer = 0,379 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{\min}$ ( $u_{\min}=0,008$ )	$u(x_i) > u_{\max}$ ( $u_{\max}=0,065$ )	Değerlendirme
1	0,415	0,05	10,8	0,02	0,4	1,5	HAYIR	HAYIR	
2	0,400	0,09	21,8	0,04	0,3	0,5	HAYIR	HAYIR	
3	0,388	0,05	13,9	0,03	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
4	0,398	0,07	17,1	0,03	0,2	0,5	HAYIR	HAYIR	

**Tablo 7.** Aflatoksin M1 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN M1 (Atanmış değer = 0,379 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x <sub>i</sub> )	z skor	zeta skor	u(x <sub>i</sub> ) < u <sub>min</sub> (u <sub>min</sub> = 0,008)	u(x <sub>i</sub> ) > u <sub>max</sub> (u <sub>max</sub> = 0,065)	Değerlendirme
5	0,249	0,06	24,9	0,03	-1,6	-4,0	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
6	0,384	0,04	11,2	0,02	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
7	0,438	0,07	15,3	0,03	0,7	1,7	HAYIR	HAYIR	
8	0,340	0,06	17,9	0,03	-0,5	-1,2	HAYIR	HAYIR	
9	0,400	0,05	12,0	0,02	0,3	0,8	HAYIR	HAYIR	
10	0,424	0,09	20,0	0,04	0,5	1,0	HAYIR	HAYIR	
11	0,373	0,09	23,9	0,04	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
12	0,410	0,08	20,0	0,04	0,4	0,7	HAYIR	HAYIR	
13	0,4379	0,08	19,0	0,04	0,7	1,4	HAYIR	HAYIR	
14	0,346	0,04	12,1	0,02	-0,4	-1,5	HAYIR	HAYIR	
15	0,14	0,01	10,0	0,01	-2,9	-22,0	EVET	HAYIR	Raporlanan sonuç hem uygun olmayan z-skoru aralığında hem de uygun olmayan zeta-skoru aralığındadır. Hem katılımcının sonucunun hem de katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucunun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
16	0,380	0,05	12,1	0,02	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
17	0,410	0,11	26,8	0,06	0,4	0,6	HAYIR	HAYIR	
18	0,342	0,08	22,5	0,04	-0,4	-0,9	HAYIR	HAYIR	
19	<b>SONUÇ BİLDİRMEDİ</b>								
20	0,385	0,09	24,0	0,05	0,1	0,1	HAYIR	HAYIR	
21	0,326	0,10	30,1	0,05	-0,6	-1,1	HAYIR	HAYIR	
22	0,303	0,08	26,4	0,04	-0,9	-1,9	HAYIR	HAYIR	
23	0,420	0,15	35,7	0,08	0,5	0,5	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
24	0,380	0,06	15,0	0,03	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
25	0,403	0,043	10,7	0,02	0,3	1,0	HAYIR	HAYIR	
26	0,400	0,08	19,0	0,04	0,3	0,5	HAYIR	HAYIR	
27	0,420	0,06	15,2	0,03	0,5	1,2	HAYIR	HAYIR	
28	0,342	0,04	12,6	0,02	-0,4	-1,6	HAYIR	HAYIR	
29	0,415	0,08	18,1	0,04	0,4	0,9	HAYIR	HAYIR	
30	0,392	0,10	25,0	0,05	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
31	0,370	0,11	28,6	0,05	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
32	0,364	0,09	23,9	0,04	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
33	0,355	0,05	14,1	0,03	-0,3	-0,9	HAYIR	HAYIR	

**Tablo 7.** Aflatoksin M1 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN M1 (Atanmış değer = 0,379 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x <sub>i</sub> )	z skor	zeta skor	u(x <sub>i</sub> ) < u <sub>min</sub> (u <sub>min</sub> = 0,008)	u(x <sub>i</sub> ) > u <sub>max</sub> (u <sub>max</sub> = 0,065)	Değerlendirme
34	0,349	0,06	16,3	0,03	-0,4	-1,0	HAYIR	HAYIR	
35	0,385	0,02	5,2	0,01	0,1	0,5	HAYIR	HAYIR	
36	0,343	0,067	19,5	0,03	-0,4	-1,0	HAYIR	HAYIR	
37	0,427	0,10	23,0	0,05	0,6	1,0	HAYIR	HAYIR	
38	0,325	0,10	32,0	0,05	-0,6	-1,0	HAYIR	HAYIR	
39	0,457	0,10	20,8	0,05	0,9	1,6	HAYIR	HAYIR	
40	0,383	0,09	23,8	0,05	0,1	0,1	HAYIR	HAYIR	
41	0,303	0,08	27,0	0,04	-0,9	-1,8	HAYIR	HAYIR	
42	0,357	0,09	24,9	0,04	-0,3	-0,5	HAYIR	HAYIR	

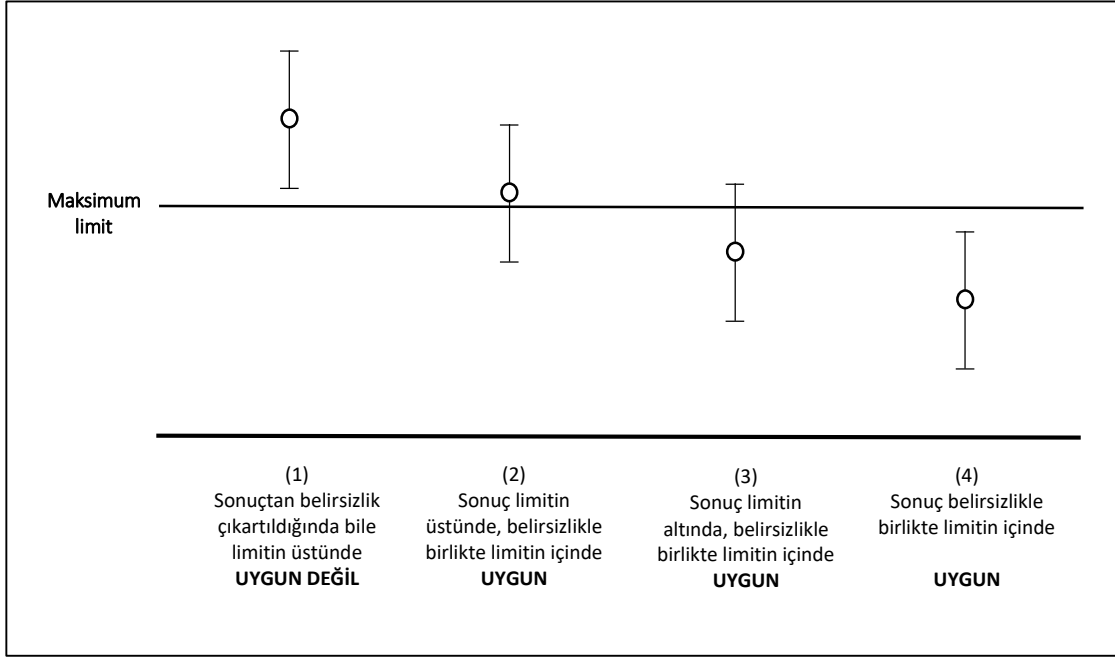
### 5.4.3. Uygunluk Değerlendirmesi

TOK014 yeterlilik testi analiz sonuç bildirim formunda katılımcılardan süt tozu materyalinin analizinden elde ettikleri sonucun uygunluğunu TGK Bulaşanlar Yönetmeliğine göre değerlendirmeleri istenmiştir.

TGK Gıdalardaki Mikotoksin Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2018/10) EK 14, Madde (4) “Laboratuvar Kontrol Gereksinimleri ve Laboratuvar Tarafından Kullanılan Analiz Metotları” kısmında yer alan “Ölçüm belirsizliğinin tahmini, geri kazanımın hesaplanması ve sonuçların raporlanması” başlıklı (ç) bendine göre geri kazanım yüzdesine göre düzeltilmiş sonuç ve bu sonuca (C) ait genişletilmiş ölçüm belirsizliği (U) (%95’lik güven aralığı veren kapsama faktörü 2 kullanılarak elde edilen) hesaplanır ve raporlanır. Bildirilen sonuçtan ölçüm belirsizliğinin çıkartılmasıyla elde edilen değer (C – U) uygunluğu değerlendirmek için kullanılır (Şekil 2). Bu değer mevzuattaki maksimum seviyeden büyükse, ölçüm sonucunun mevzuatın gerektirdiğinden daha yüksek olduğu hiç şüphe olmayacak şekilde kesindir.

TGK Bulaşanlar Yönetmeliği Ek-1’inde mikotoksinlerle ilgili 2.bölümdeki tablonun 2.1.12 maddesinde “Çiğ süt, ısıtılmış süt, **süt bazlı ürünlerin üretiminde kullanılan süt**” için AFL M1 maksimum limiti 0,050 µg/kg olarak belirtilmektedir. Süt bazlı ürünler olan peynir, kaşar peyniri, süt tozu vb. ürünlerin uygunluk değerlendirmesi için yönetmeliğin “Kurutulmuş, seyretilmiş, işlenmiş ve birden fazla bileşen içeren gıdalar” başlıklı 6.maddesi dikkate alınır. Buna göre kurutma veya seyretilme işlemine bağlı olarak bulaşan konsantrasyonunda ortaya çıkan değişiklikler dikkate alınır, bu tip gıdalar için konsantrasyon veya seyretilme faktörü gıda işletmecisi tarafından temin edilir

denmektedir. Ayrıca “Gıda işletmecisinin gerekli konsantrasyon veya seyreltme faktörünü belirlemediği veya belirlenen faktörün sunulan gerekçeler ışığında Bakanlık tarafından doğru bulunmadığı durumlarda, insan sağlığının en üst düzeyde korunması amacıyla Bakanlık, eldeki bilgiler ışığında uygun bir faktör belirler” ifadeleri yer almaktadır. Bu ifadeye istinaden laboratuvara gıda işletmecisi tarafından ürünün kaç litre süttten yapıldığı bildirilmese bile eldeki bilgiler ışığında süt tozu ile ilgili değerlendirme yapılabilmektedir.



Şekil 2. Maksimum limit ve ölçüm belirsizliğinin etkisi

Yaklaşık 10 litre süttten 1 kg süt tozu elde edildiği düşünülürse, bu durumda 10 litre süt için maksimum limitin 10 katı ( $10 \times 0,05 \mu\text{g}/\text{kg}$ )  $0,5 \mu\text{g}/\text{kg}$  düzeyi dikkate alınarak değerlendirme yapılmalıdır. Yani 1 kg süt tozunun uygunluk değerlendirmesi için maksimum limit  $0,5 \mu\text{g}/\text{kg}$  olur. Analiz sonucundan ölçüm belirsizliğinin çıkarılmasıyla elde edilen değer bu seviyeden büyükse UYGUN DEĞİL olarak raporlanır. Aynı durum diğer süt bazlı ürünler (beyaz peynir, kaşar peynir vb.) için de geçerlidir. Örneğin 12 litre süttten 1 kg kaşar peyniri elde edildiği bilgisi temin edildiyse bu durumda maksimum limitin 12 ile çarpılması ( $12 \times 0,05 \mu\text{g}/\text{kg}$ ) ve limit olarak  $0,6 \mu\text{g}/\text{kg}$  düzeyinin uygunluk değerlendirmede kullanılması gerekir.

Katılımcıların süt tozu numunesinin analizinden elde ettikleri sonuçlara ilişkin uygunluk değerlendirmeleri ve açıklamaları Tablo 8’de verilmektedir. Katılımcıların uygunluk değerlendirmesine ilişkin açıklamaları değişiklik yapılmadan tabloda verilmektedir. Mevzuata göre katılımcının sonucuna ve ölçüm belirsizliğine göre yapması gereken uygunluk değerlendirmesi de tabloda görülmektedir.

**Tablo 8.** Katılımcıların uygunluk değerlendirmesi ve açıklamaları

AFLATOKSİN M1					
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölç.Belsz. (± µg/kg)	Uygunluk değerlendirmesi	Açıklama	Mevzuata göre olması gereken
1	0,415	0,045	Uygun	TGK 2016/6 Madde 11-1 (Ç)'de belirtilen "1 kg süttozu için en az 10 L çiğ süt esas alınır" ifadesinden yola çıkarak ve TGK Bulaşanlar Yönetmeliğindeki çiğ süt limiti (0,05 ppb) göz önünde bulundurularak yeterlilik numune sonucu uygun olarak değerlendirilmiştir.	Uygun
2	0,400	0,087	Uygun	TGK Koyulaştırılmış Süt ve Süttozu Tebliği'ndeki süttozu tanımı ile TGK Çiğ Sütün Arzına Dair Tebliğ'de yer alan yağsız kuru madde içeriği düşünüldüğünde 11,7 litre çiğ inek sütünden 1 kg süt tozu eldesi baz alınırsa çiğ süt için verilen 0,05ug/kg limit değerinin altındadır.	Uygun
3	0,388	0,054	Uygun	TGK Bulaşanlar Yönetmeliği (R.Gazete: 29.12.2011-28157)'de Madde 6 ya göre 'Süt Bazlı Ürünlerin Üretiminde Kullanılan Süt' için atanan 0,05 ug/kg limiti dikkate alınarak değerlendirme yapılmıştır. Karar Kuralı Ölçüm Belirsizliği negatif yönde kullanılarak değerlendirme yapılmıştır. Literarütlere göre 10 litre süttten 1 kg süt tozu elde edildiği düşünülerek işleme faktörü dikkate alınmış ve elde edilen sonuç 10 katlık bir oranda düşürülerek değerlendirilmiştir	Uygun
4	0,398	0,068	Uygun	TGK Koyulaştırılmış Süt ve Süt Tozu Tebliği'ndeki (2005/18) süt tozu tanımı düşünülerek ve yaklaşık 11 litre çiğ inek sütünden 1kg süt tozu elde edilebileceği baz alınarak, TGK Bulaşanlar Yönetmeliği'nde çiğ süt için verilen 0,05ug/kg limit değerinin altındadır.	Uygun
5	0,249	0,062	Uygun değil	TGK Bulaşanlar Yönetmeliğine göre Süt Tozunda limit: 0,025 µg/kg'dır. Ölçüm belirsizliğinin eksi yönükullanılsa dahi sonuç uygun değildir.	Uygun
6	0,384	0,043		Çiğ süt (8), ısıtılmış süt, süt bazlı ürünlerin üretiminde kullanılan süt için belirlenen Maksimum Limit 0,05 µg/kg olup, süt tozu matrisine özgü yönetmelikte maksimum limit olmadığı için değerlendirme yapılmamıştır.	Uygun
7	0,438	0,067		Bulaşanlar Yönetmeliği'nde gönderilen test materyaline ait maksimum limit bulunmadığından değerlendirme yapılamamıştır.	Uygun
8	0,340	0,061		TGK Bulaşanlar yönetmeliğine göre Aflatoksin M1 analizi için süt tozu materyalinde değerlendirme bulunmamaktadır.	Uygun
9	0,400	0,048	Uygun	Türk Gıda Kodeksi, Bulaşanlar Yönetmeliği (R.Gazete: 29.12.2011- 28157)'de Madde 6 dikkate alınmıştır. 10 kg süttten, 1 kg süt tozu elde edildiğinden (Faktör:10) süt tozu için maksimum limit 0,050*10=0,500 µg/kg olarak kabul edilmiştir.	Uygun
10	0,424	0,085	Uygun değil		Uygun
11	0,373	0,089	Uygun		Uygun



Tablo 8. Katılımcıların uygunluk değerlendirme ve açıklamaları

AFLATOKSİN M1					
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölç.Belsz. (± µg/kg)	Uygunluk değerlendirme	Açıklama	Mevzuata göre olması gereken
12	0,410	0,082	Uygun	Türk Gıda Kodeksi, Bulaşanlar Yönetmeliği (R.Gazete: 29.12.2011- 28157)'de Madde 6 dikkate alınmıştır. 10 kg süttten, 1 kg süt tozu elde edildiğinden (Faktör:10) süt tozu için maksimum limit $0,050 \cdot 10 = 0,500$ µg/kg olarak kabul edilmiştir.	Uygun
13	0,438	0,083	Uygun değil	Yeterlilik numunesi, Bulaşanlar Tebliğinde 2.1.12. Çiğ süt (8), ısıtılmış süt, süt bazlı ürünlerin üretiminde kullanılan süt ürün sınıfında değerlendirilmiştir.	Uygun
14	0,346	0,042	Uygun	TGK Bulaşanlar Yönetmeliğine göre Çiğ süt, ısıtılmış süt, süt bazlı ürünlerin üretiminde kullanılan süt için Aflatoksin M1 miktarı 0.05 µg/kg verilmiştir. Ancak ürün süttten elde edilen toz ürün olduğundan Süt tozu için Aflatoksin M1 miktarı 0,50 µg/kg' dir.	Uygun
15	0,140	0,014	Uygun değil	TGK Yönetmeliğinde belirtilen değerlerin üzerinde olduğu tespit edilmiştir.	Uygun
16	0,380	0,046	Uygun değil		Uygun
17	0,410	0,110	Uygun	TGK Bulaşanlar Yönetmeliğinde Aflatoksin M1 analizinde mevzuat limiti, süt için 0,05 ppb 'dir. Yaklaşık 10 lt süttten 1kg süt tozu elde edildiği için mevzuat limitinde belirtilen süt limiti 10 ile çarpılarak (0.5 ppb) limitine göre değerlendirilmiştir.	Uygun
18	0,342	0,077	Uygun değil		Uygun
19	<b>SONUÇ BİLDİRME</b>				
20	0,385	0,092	Uygun		Uygun
21	0,326	0,098	Uygun	29/12/2011 tarih ve 28157 sayılı resmi gazetede yayınlanan Türk Gıda Kodeksi bulaşanlar Yönetmeliğine göre değerlendirilmiştir.	Uygun
22	0,303	0,080	Uygun		Uygun
23	0,420	0,150		TGK Bulaşanlar Yönetmeliğinde Süt tozu matriksinde limit değer bulunmadığı için Değerlendirme Yapılamadı.	Uygun
24	0,380	0,057	Uygun değil	Çalışılın numunede bulunan analiz sonucu Bulaşanlar Yönetmeliği'nde yer alan Afla M1-Süt ve Süt Ürünleri için belirlenen 0,050 ug/kg değerinden yüksek olduğu için uygun değildir.	Uygun
25	0,403	0,043	Uygun	TGK Çiğ Sütün Arzına Dair Tebliğ'de yer alan yağsız kuru madde içeriği düşünüldüğünde 11,7 litre çiğ inek süttünden 1 kg süt tozu eldesi baz alınırsa çiğ süt için verilen 0,05 ug/kg limit değerinin altındadır.	Uygun
26	0,400	0,076	Uygun	<b>TGK Bulaşanlar Yönetmeliğinde süt tozu matriksine göre değerlendirme olmadığından</b> aflatoksin M1 sonucu TS 1329 Süt Tozu standardına göre maksimum limit 0,5 ppb olduğundan sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.	Uygun

Tablo 8. Katılımcıların uygunluk değerlendirmesi ve açıklamaları

AFLATOKSİN M1					
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölç.Belsz. (± µg/kg)	Uygunluk değerlendirmesi	Açıklama	Mevzuata göre olması gereken
27	0,420	0,064	Uygun değil	TGK Bulaşanlar Yönetmeliği Madde 2.1.12. 'ye göre uygun değildir.	Uygun
28	0,342	0,043		TGK Bulaşanlar Yönetmeliğinde Süt tozu için limit değer bulunmadığından değerlendirme yapılamamıştır. TS 1329 T1 Standardında yer alan Aflatoksin M1 limiti 0,5 ppb' dir. Bu Standarda göre sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.	Uygun
29	0,415	0,075		TGK Bulaşanlar Yönetmeliğine göre değerlendirme yapılamamıştır. SÜT TOZU DOĞRUDAN İNSAN TÜKETİMİNE SUNULAN BİR ÜRÜN OLMADIĞI İÇİN TGK BULAŞANLAR YÖNETMELİĞİNE GÖRE DEĞERLENDİRME YAPILAMAMIŞTIR.	Uygun
30	0,392	0,098	Uygun		Uygun
31	0,370	0,106	Uygun	Bulaşanlar Tebliğinde Aflatoksin M1 limiti:Süt için 0,05 ppb'dir Süt tozu numunesinde limit 10 ile çarpılır.0,05x10=0,5 ppb limit değeri süt tozu numunesi için kabul edilir ve bulunan sonuç bu limitin altında olduğundan uygun olarak değerlendirme yapılır.	Uygun
32	0,364	0,087	Uygun	TGK Bulaşanlar Yönetmeliği süt limiti 0,05 µg/kg 'dır. Yönetmelik Madde 6'ya istinaden; süt tozu eldesi için süt 10 kat konsantre edildiği içi limit 0,5 olarak değerlendirilmiştir.	Uygun
33	0,355	0,050	Uygun	TGK Bulaşanlar Yönetmeliği (2011/12)'de Süt tozu için limit bulunmadığına uygunluk değerlendirmesi TS 1329/T1:2007 Süt tozu standardına aflatoksin M1 için limit = 0.500 ppb olup değerlendirme uygundur.	Uygun
34	0,349	0,057		TGK Bulaşanlar Yönetmeliği (2011/12) 'de Süt Tozu için limit bulunmadığından uygunluk değerlendirmesi yapılmamıştır. TS 1329/T1 2007 Süt Tozu standardında Aflatoksin M1 için limit=0,500 ppb olup, tse standardına göre sonuç uygundur.	Uygun
35	0,385	0,020	Uygun	10 litre süttten 1 kg süt tozu elde edildiği göz önüne alındığında limit 0,5 olarak kabul edilip uygun olarak değerlendirilmiştir.	Uygun
36	0,343	0,067		TGK Bulaşanlar Yönetmeliğinde Süt Tozunda Aflatoksin M1 için limit değer bulunmadığından dolayı TGK Bulaşanlar Yönetmeliğine göre değerlendirme yapılamamaktadır. Ancak TS 1329/T1 Süt tozu standardında belirtilen limit değere (0,5 ppb) göre sonuç uygun olarak değerlendirilebilir.	Uygun
37	0,427	0,098	Uygun değil		Uygun
38	0,325	0,104		değerlendirme yapılamaz , Süt tozu için TGK bulaşanlar Yönetmeliğinde herhangi bir limit değer bulunmamaktadır.	Uygun
39	0,457	0,095		DEĞERLENDİRME YAPILAMIYOR. Süt tozu için limit bulunmadığı için değerlendirme yapılamamıştır.	Uygun

**Tablo 8.** Katılımcıların uygunluk değerlendirmesi ve açıklamaları

AFLATOKSİN M1					
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölç.Belsz. (± µg/kg)	Uygunluk değerlendirmesi	Açıklama	Mevzuata göre olması gereken
40	0,383	0,091	Uygun değil	bulaşanlar yönetmeliğindeki <b>süt ve bebek formülleri için verilen max limitlerine göre değerlendirilmiştir.</b>	Uygun
41	0,303	0,082	Uygun	100 g Süt tozu + 900 g Su ile = 1 kg süt elde edilebilmektedir. Bu dönüşümü kullanarak tebliğde verilen süt limiti ile değerlendirme yapılabilir. Bulaşanlar yönetmeliği süt limiti : 0,05 µg/kg dır.	Uygun
42	0,357	0,089	Uygun	<b>TGK Bulaşanlar Yönetmeliği eklerinde Aflatoksin M1 için süt tozunda limit olmadığından</b> değerlendirme TS 1329/T1 sayılı Süt Tozu TSE standardına göre yapılmıştır. Buna göre; TS 1329/T1 sayılı Süt Tozu standardına göre limit 0,5 µg/kg olduğundan 5 g/kg olduğundan sonuç uygundur.	Uygun

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcılar tarafından doldurularak gönderilmiş, katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 9’da sunulmuştur.

**Tablo 9.** Katılımcı Analiz Bilgileri

Akredite Metot																
Evet	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	16	17	
	20	22	23	24	25	26	27	28	30	31	32	33	34	35	36	
	37	38	40	41	42											
Hayır	14	15	18	21	29	39										
Metot Kaynağı																
İşletme-içi Metot	13	21	22	35	38											
Ulusal Standart	3	5	15	18												
Uluslararası Standart	1	4	6	7	8	9	10	11	12	16	17	20	23	24	26	
	27	28	30	31	32	33	34	36	37	39	40	41	42			
Talima /Teknik Not/Uygulama Notu	14	25	29													
Boş	2															
Tartılan numune miktarı (g)																
< 5	21	33	38													
≥ 5 - < 10	1	6	9	17	20	22	28	30	34	42						
≥ 10 - < 25	2	3	4	5	7	8	10	11	12	13	14	15	16	18	23	
	24	25	26	27	29	31	32	35	36	37	39	40	41			
Ekstraksiyon Solventleri																
Su	2	4	5	6	7	8	10	14	16	17	18	20	23	27	30	
	31	32	33	35	37	40										
Asetonitril	24	28	36	38												
Asetonitril/Su	3	11	21	34	42											
Metanol/Su	15															
Metanol/Asetonitril/Su	1	9	12	13	22	25	26	29	39							
Boş	41															
Saflaştırma Yöntemi																
IAK	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	
	17	18	20	22	23	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	
	35	36	37	39	41	42										
SPE	16	24	40													
Boş	21	38														
Saflaştırma Kolon/Kartuş Markası																
AOKIN	1	2	4	13	14	17	25	42								
R-Biopharm	3	7	8	9	11	12	16	20	22	23	24	26	28	29	32	
	33	34	36	37	39	40	41									
Romer	15	27	30	31												
VICAM	5	10	35													
Boş	6	18	21	38												
Kalibrasyon Standart Markası																
Biopure	3	33	36													
Dr Ehrenstorfer	25															
Inertsil-ODS	24															

## UGRL YT Raporu-TOK014

LabStandard	1
NTox	15
Pa Grup	34
Pribolab	38
R-Biopharm	9 12 16 18 37
Romer	27 30 31
Sigma Aldrich	6 7 21 32
Supelco	14
Toronto Research Chemicals (TRC)	4 13 42
Trilogy	5 8 11 17 20 22 23 26 29 35 39 41
Boş	2 10 28 40

### Mikotoksin Belirleme Yöntemi

HPLC-FLD	1 2 3 4 5 6 7 8 10 11 12 13 14 15 17 18 20 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 39 40 41 42
HPLC-UV	9
HPLC-DAD	16
LC-MS/MS	21 38

### Enjeksiyon Hacmi (µL)

≥ 5 – < 10	6 21 38
≥ 10 – < 25	16
≥ 50 – < 100	20 22 30 33 42
≥ 100 – < 150	2 3 4 5 7 8 10 11 12 14 15 17 18 24 25 26 27 28 29 31 32 34 36 37 39 40 41
≥ 150 – < 500	1 9 13 35
Boş	23

### Kolon Sıcaklığı (°C)

> ortam sıcaklığı – < 30	2 4 5 7 8 9 10 11 13 14 15 17 20 24 25 26 29 30 31 32 34 38 42
≥ 30 – < 40	1 6 18 40
≥ 40 – < 50	3 12 16 21 22 23 27 28 33 35 36 37 39
Boş	41

### Mobil Faz

Amonyum fosfat/Asetonitril	38
Formik asit/Metanol/Asetonitril/Su	1 13 25
Asetonitril/Metanol/Su	2 3 6 7 9 12 14 16 22 24 26 29 30 35 37 39 40 41
Asetonitril/Su	4 5 8 10 11 15 17 18 20 23 27 28 31 32 33 34 36 42
Metanol/Su	21

### Türevlendirme

Yok	1 2 3 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 20 21 22 23 24 25 27 28 30 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42
Kobracell	31
Boş	4 5 6 26 29 32

## 7. GÖZLEMLER

Kamu ve özel laboratuvarların başvurusu ile toplam 42 katılımcı ile düzenlenen TOK014 kodlu Süt Tozunda Aflatoksin M1 Saptanması yeterlilik testi çevrimi sonucunda katılımcıların z-skoru ve zeta-skoru yönünden başarı oranı (sırasıyla %98 ve %95) yüksektir.

Ancak katılımcıların uygunluk değerlendirmesi konusunda mevzuata uygun değerlendirme yapamadıkları tespit edilmiştir. Katılımcıların büyük çoğunluğu TGK Bulaşanlar Yönetmeliğinde süt tozu için maksimum limit bulunmadığını ifade etmiş ve bir kısmı başka standartlara atıfta bulunmuştur. Katılımcıların bir kısmı süt tozu için maksimum limiti 0,05 µg/kg olarak sonucu uygun değil olarak değerlendirmiştir.

Doğru yaklaşım 5.4.3.Uygunluk Değerlendirmesi başlığında da ifade edildiği gibi TGK Bulaşanlar Yönetmeliğinin 6.maddesinin dikkate alınarak süt tozunun üretiminde kullanılan sütün maksimum limiti üzerinden değerlendirme yapmaktır. Maksimum limit 1 kg üründeki µg cinsinden toksin miktarının ifadesi olan 0,05 µg/kg olduğu için, örneğin 10 kg veya 10 litre süttten elde edilen süt tozu için 0,5 µg/kg olmaktadır. 2018/10 sayılı tebliğe göre numunenin analizinden elde edilen sonuç geri kazanıma göre düzeltildikten sonra genişletilmiş ölçüm belirsizliğinin çıkartılmasıyla uygunluk değerlendirmesi yapılır.

## 8. REFERANSLAR

- (1) Thompson, M., Ellison, S.L.R., Wood, R., The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. Pure Appl. Chem., 2006. 78(1): 145–196.
- (2) ISO 13528:2015 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”
- (3) Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical brief No 6, Apr 2001.
- (4) Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How Not To Reject Outliers, Part 1. Basic Concepts. Analyst, 1989, Vol.114, 1693 – 1697.
- (5) Thompson, M., Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, Analyst, 2000, 125, 385-386.
- (6) TÜRKAK- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev. No:10 -16 Aralık 2019